

## Process for the thermic decomposition of aluminium chloride hexahydrate by indirect heating.

Publication number: DE2805906 (A1)

Also published as:

Publication date: 1979-08-23

DE2805906 (C2)

Inventor(s): MARCHESSAUX PHILIPPE; REH LOTHAR DR ING DR; PLASS LUDOLF DR ING DR; SOOD RAMAN DR

EP0003713 (A1)

Applicant(s): PECHINEY ALUMINIUM

EP0003713 (B1)

Classification:

AU4407979 (A)

- international: B01J8/24; C01F7/30; B01J8/24; C01F7/00; (IPC1-7): C01F7/30

AU527533 (B2)

- European: B01J8/24; C01F7/30C

[more >>](#)

Application number: DE19782805906 19780213

Cited documents:

Priority number(s): DE19782805906 19780213

DE2636854 (A1)

Abstract not available for DE 2805906 (A1)

Abstract of corresponding document: EP 0003713 (A1)

Procédé de décomposition thermique du chlorure d'aluminium hexa-hydraté en alumine, en utilisant un état fluidisé à lit fluidisé forte expansé zone turbulente auquel sont associés, d'une part un gradient de concentration en matière solide de bas en haut du lit fluidisé, et, d'autre part, une évacuation des produits solides en même temps que les gaz à la partie supérieure de la zone turbulente , procédé dans lequel; - le chlorure d'aluminium hydraté est mis en contact avec des gaz chauds dans le but d'obtenir une décomposition au moins partielle, avant d'être introduit dans la zone turbulente , puis est conduit à la zone turbulente . - les produits solides évacués avec les gaz à la partie supérieure de la zone turbulente sont séparés et introduits dans une zone de séjour , fluidisée avec une vitesse de gaz faible, zone à partir de laquelle un flux partiel de produits solides est renvoyé de façon contrôlée dans la zone turbulente afin de régler la densité de la suspension à l'intérieur de celle-ci à une valeur déterminée, et où un autre flux partiel est envoyé, au bout d'un temps de séjour suffisamment long, vers un refroidissement en lit fluidisé qui fonctionne avec un gaz contenant de l'oxygène comme gaz de fluidisation; - au moins une partie du gaz de fluidisation chauffé qui sort du refroidissement en lit fluidisé est introduit comme gaz secondaire dans la zone turbulente au-dessus de l'alimentation en gaz principal de fluidisation. - le chauffage de la zone turbulente est réalisé par apport de combustible dans la région comprise entre l'alimentation en gaz principal de fluidisation et l'alimentation en gaz secondaire procédé qui se caractérise par le fait que l'on met le chlorure d'aluminium hydraté et humide en contact avec des gaz à l'état turbulent et avec apport de produit calciné chaud provenant du processus lui-même et qu'ainsi on le décompose au moins partiellement.

.....  
Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

⑤

Int. Cl. 2:

C 01 F 7/30

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



DE 2805906 A1

⑩

## Offenlegungsschrift 28 05 906

⑪

Aktenzeichen: P 28 05 906.5

⑫

Anmeldetag: 13. 2. 78

⑬

Offenlegungstag: 23. 8. 79

⑭

Unionspriorität:

⑮ ⑯ ⑰

—

⑯

Bezeichnung: Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat

—

⑰

Anmelder: Aluminium Pechiney, Lyon (Frankreich)

⑯

Vertreter: Fischer, E., Dr., Rechtsanw., 6000 Frankfurt

⑰

Erfinder: Marchessaux, Philippe, Aix-en-Provence, (Frankreich);  
Reh, Lothar, Dr.-Ing. Dr., 6000 Bergen-Enkheim;  
Plass, Ludolf, Dr.-Ing. Dr., 6242 Kronberg; Sood, Raman, Dr., Kingston,  
Ontario (Kanada)

DE 2805906 A1

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat mit Kalzination zu Aluminiumoxid unter Verwendung eines Wirbelzustandes mit stark aufgelockerter Wirbelschicht, die mit einem Gefälle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Reaktorschachtes verbunden ist (Wirbelzone), bei dem aufgegebenes Aluminiumchloridhydrat vor dem Eintrag in die Wirbelzone zwecks mindestens teilweiser Spaltung mit Gasen in Kontakt gebracht und dann der Wirbelzone zugeleitet wird, die mit den Gasen am oberen Teil der Wirbelzone ausgetragenen Feststoffe abgetrennt und in eine mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierte Verweilzone eingetragen werden, aus der ein Feststoffteilstrom zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in die Wirbelzone kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom nach hinreichend langer Verweilzeit einer Wirbelkühlung zugeleitet wird, die mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus der Wirbelkühlung austretenden erhitzten Fluidisierungsgases der Wirbelzone als Sekundärgas oberhalb der Fluidisierungsgaszuführung zugeleitet wird und die Beheizung der Wirbelzone durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Fluidisierungsgaszuführung und Sekundärgaszuführung erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß man aufgegebenes Aluminiumchloridhydrat mit Gasen im Wirbelzustand und unter Zufuhr von heißem prozeßbeigem Kalzinat in Kontakt bringt und dabei mindestens teilweise spaltet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Spaltung in zwei Wirbelschichtstufen vornimmt, in deren erste die Wärmezufuhr über Heizflächen und in deren zweiter die Wärmezufuhr über heißes Kalzinitat erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminiumchloridhydrat in einer klassischen Wirbelschicht spaltet und vorzugsweise die mittlere Suspensionsdichte auf einen Wert im Bereich von 300 bis 600 kg/m<sup>3</sup> und die Wirbelgasgeschwindigkeit auf einen Wert kleiner 0,8 m/sec einstellt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminiumchloridhydrat in einer zirkulierenden Wirbelschicht spaltet und vorzugsweise die mittlere Suspensionsdichte auf einen Wert im Bereich von 40 bis 250 kg/m<sup>3</sup> sowie die Wirbelgasgeschwindigkeit auf einen Wert im Bereich von 1,5 bis 5 m/sec einstellt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, 2, 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß man Aluminiumchloridhydrat in einer mit Wasserdampf betriebenen Wirbelschicht spaltet.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man bei einstufiger Spaltung auf Spalttemperaturen im Bereich von 200 bis 450 °C bzw. bei zweistufiger Spaltung in der ersten Spaltstufe auf Spalttemperaturen von 150 bis 300 °C und in der zweiten Spaltstufe auf höhere, etwa bis 600 °C reichende Spalttemperaturen einstellt.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man den Spaltgrad in der Spaltstufe auf mindestens 80 % einstellt.

8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man innerhalb der Wirbelzone in der Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgaszuführung eine mittlere Suspensionsdichte von 20 bis 300 kg/m<sup>3</sup> und in der Zone oberhalb der Sekundärgasleitung eine mittlere Suspensionsdichte von 1 bis 20 kg/m<sup>3</sup> einstellt.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die mittlere Suspensionsdichte innerhalb der Verweilzone auf größer 500 kg/m<sup>3</sup> einstellt.
10. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man die mittlere Verweilzeit der Feststoffe innerhalb der Wirbelzone auf 10 bis 30 Minuten einstellt.
11. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man die mittlere Verweilzeit der Feststoffe innerhalb der Verweilzone auf das Zwei- bis Zwanzigfache der mittleren Verweilzeit innerhalb der Wirbelzone einstellt.
12. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man das Mengenverhältnis von der Wirbelzone zugeführtem Sekundärgas zu Fluidisierungsgas auf 10 : 1 bis 1 : 2 einstellt.
13. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß man die Temperatur der Abgase der Wirbelzone durch direkten Kontakt mit zum überwiegenden Teil gespaltenem Aluminiumchloridhydrat absenkt.

- 1 -

ALUMINIUM PECHINEY  
28, rue de Bonnel  
69003 Lyon  
Frankreich

Frankfurt/M., den 10.1.1978  
DrOz/LWü

Prov. Nr. 8223 LC

Verfahren zur thermischen Spaltung  
von Aluminiumchloridhydrat

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat mit Kalzination zu Aluminiumoxid unter Verwendung eines Wirbelzustandes mit stark aufgelockerter Wirbelschicht, die mit einem Gefälle der Feststoffkonzentration von unten nach oben sowie Austrag der Feststoffe zusammen mit den Gasen am oberen Teil des Reaktorschachtes verbunden ist (Wirbelzone), bei dem aufgegebenes Aluminiumchloridhydrat vor dem Eintrag in die Wirbelzone zwecks mindestens teilweiser Spaltung mit Gasen in Kontakt gebracht und dann der Wirbelzone zugeleitet wird, die mit den Gasen am oberen Teil der Wirbelzone ausgetragenen Feststoffe abgetrennt und in eine mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierte Verweilzone eingetragen werden, aus der ein Feststoffteilstrom

zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in die Wirbelzone kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom nach hinreichend langer Verweilzeit einer Wirbelkühlung zugeleitet wird, die mit sauerstoffhaltigem Gas als Fluidisierungsgas betrieben wird, mindestens ein Teil des aus der Wirbelkühlung austretenden erhitzten Fluidisierungsgases der Wirbelzone als Sekundärgas oberhalb der Fluidisierungsgaszuführung zugeleitet wird und die Beheizung der Wirbelzone durch Zufuhr von Brennstoff in die Zone zwischen Fluidisierungsgaszuführung und Sekundärgaszuführung erfolgt.

Zur thermischen Spaltung von Aluminiumchloridhydrat ist neben Verfahren in der "klassischen" Wirbelschicht, also mit einem Verteilungszustand, bei dem eine dichte Phase durch einen deutlichen Dichtesprung von dem darüber befindlichen Gas- oder Staubraum getrennt ist (DT-OS 1 667 195, DT-OS 2 261 083), auch ein solches bekannt, das sich einer sogenannten stark expandierten Wirbelschicht bedient (DT-OS 1 757 628). Hierbei liegen Verteilungszustände ohne definierte obere Grenzschicht vor, die erhalten werden, indem eine wesentlich höhere Gasgeschwindigkeit eingestellt wird als zur Aufrechterhaltung einer klassischen Wirbelschicht zulässig ist, und bei der der Feststoff vom Gas schnell aus dem Reaktor ausgetragen würde, wenn nicht ständig neues Material nachgespeist wird. Die Feststoffkonzentration ist niedriger als im Bett, aber erheblich höher als im Staubraum einer klassischen Wirbelschicht. Ein Dichtesprung zwischen dichter Phase und darüber befindlichem Staubraum ist nicht vorhanden, jedoch nimmt innerhalb des Reaktors die Feststoffkonzentration von unten nach oben kontinuierlich ab.

Mit dem Verfahren der DT-OS 1 767 628 gelingt insbesondere eine weitestgehende Ausnutzung der Abwärme von Abgas und ausgetragenem Feststoff, so daß eine maximale Brennstoffaus-

nutzung, d.h. optimale Wärmeverbrauchszahl, erreichbar ist. Die Verbrennung in zwei Stufen, nämlich zunächst nur mit Fluidisierungsgas unterstöchiometrisch im Bereich hoher Dispersionsdichte, dann in Gegenwart von Sekundärgas stöchiometrisch bzw. geringfügig überstöchiometrisch schließt Überhitzungen einzelner Bereiche des Wirbelbettes aus. Hohe Temperaturkonstanz und genaue Temperatursteuerung sind möglich.

Trotz dieser großen Vorteile weist dieses bekannte Verfahren bei seiner Anwendung auf die Spaltung von Aluminiumchloridhydrat einen Nachteil dann auf, wenn aus reaktionstechnischen Gründen, z.B. wegen Phasenumwandlungen oder Erzielung hoher Produktreinheit, hohe Mindestverweilzeiten des gebildeten Aluminiumoxids im Reaktorsystem erforderlich sind. Zwar ist auch bei dem bekannten Verfahren eine hohe Mindestverweilzeit durch Vergrößerung der Ofenhöhe erreichbar, jedoch steigt hierbei der Druckverlust im Wirbelschichtreaktor und damit der Energiebedarf an.

Gemäß einem weiteren bekannten Verfahren wird dieser Nachteil vermieden, indem die vom Gas abgetrennten Feststoffe in einem mit geringer Gasgeschwindigkeit fluidisierten Verweilzeitreaktor eingetragen werden, ein Feststoffteilstrom zur Einstellung einer bestimmten Suspensionsdichte in den Wirbelschichtofen kontrolliert rückgeführt und ein weiterer Teilstrom nach hinreichend langer Verweilzeit dem Wirbelkühler zugeleitet wird (DT-OS 25 24 541). Die Durchführung des Verfahrens erfolgt mithin in einem im wesentlichen aus einem Wirbelschichtreaktor und einem Verweilzeitreaktor bestehenden, das Kernstück des Verfahrens bildenden System, indem die einzelnen Phasen der Gesamtreaktion entsprechend den reaktionstechnischen Erfordernissen den beiden Reaktoren zugeordnet werden. Der beim Spaltprozeß den Hauptanteil des Wärmebedarfs verbrauchende Schritt der Aufheizung der Teilchen erfolgt im

2805906

Wirbelschichtreaktor (Hauptreaktion). Das Erreichen der endgültigen Produktqualität, das gegenüber der Hauptreaktion eine vergleichsweise längere Reaktionszeit (Nachreaktion) z.B. aufgrund von Phasenumwandlungen oder Diffusionsprozessen, erfordert und nur noch einer geringen Wärmezufuhr bedarf, geschieht dann im Verweilzeitreaktor.

Ein Nachteil des zuletzt genannten Verfahrens ist, daß infolge des vorgegebenen Energiebedarfs und damit des Bedarfs an Brennstoff und zur Verbrennung erforderlichen sauerstoffhaltigen Gase ein Abgas anfällt, dessen Chlorwasserstoffkonzentration bei hohen Gasvolumina vergleichsweise gering ist und daher apparativ aufwendige Absorptionsanlagen und große Kühlmittelmengen für die Abführung der Wärme aus dem Abgas erforderlich macht.

Bei dem aus der DT-OS 17 67 623 bekannten Verfahren kommt zum vorgenannten Nachteil hinzu, daß bei der Kalzination zu Aluminiumoxid wegen der hohen erforderlichen Verweilzeit ein beträchtlicher Energieaufwand durch häufige Rezirkulation der Feststoffe in Kauf genommen werden muß.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren bereitzustellen, das die bekannten, insbesondere die vorgenannten Nachteile vermeidet und bei hoher Qualität des erzeugten Aluminiumoxids ein Abgas mit vergleichsweise hohem Chlorwasserstoffgehalt entstehen läßt.

Die Aufgabe wird gelöst, indem das Verfahren der eingangs genannten Art entsprechend der Erfindung derart ausgestaltet wird, daß man aufgegebenes Aluminiumchloridhydrat mit Gasen im Wirbelzustand und unter Zufuhr von heißem prozeßeigenen Kalzinat in Kontakt bringt und dabei mindestens teilweise spaltet.

Zwar ist es aus der OE-PS 315 207 bekannt, zwecks Herstellung von Chlorwasserstoff hoher Konzentration durch Rösten thermisch zersetzbare Metallchloride eine indirekte Erhitzung durch Zumischen von festen, zuvor erhitzen Wärmeträgern, die auch aus dem Rüstgut selbst bestehen können, vorzunehmen. Dieser Stand der Technik konnte jedoch eine Anregung, in der erfundungsgemäßen Weise vorzugehen, nicht geben, da anzunehmen war, daß bei der Spaltung in der Wirbelschicht unter den herrschenden vergleichsweise geringen Temperaturen ein starkes Verkleben des frisch aufgegebenen Aluminiumchloridhydrates mit dem Rüstgut auftritt. Die Folge wäre, daß sich der in kompakter Form zugegebene Materialstrom nicht auflöst und sich ein geordneter Wirbelschichtzustand nicht einstellen kann bzw. die im Anfangsstadium vorhandene geordnete Wirbelbewegung in kurzer Zeit nach Zugabe von Aluminiumchloridhydrat zusammenbricht. Die vorstehend geschilderte Annahme war auch nicht durch die in der DE-OS 25 24 541 beschriebene Betriebsweise, bei der das Aluminiumchloridhydrat Schwebetauschern aufgegeben wird, zu zerstreuen, denn dort herrschen wegen der hohen Gasgeschwindigkeit und der hohen Gas temperatur an der Zuführstelle des Aluminiumchloridhydrats gänzlich andere Betriebsbedingungen. Darüber hinaus wird das Aluminiumchloridhydrat im wesentlichen mit einem reinen Gasstrom und nicht mit einem dritten Reaktionspartner, dem heißen Kalzinat, in Kontakt gebracht.

Das erfundungsgemäße Verfahren kann in der Weise geleitet werden, daß die zur Spaltung erforderliche Wärmeenergie praktisch ausschließlich durch heißes Kalzinat gedeckt wird. Es ist jedoch auch möglich, die Spaltung in zwei Stufen vorzunehmen, wobei dann zweckmäßigerverweise in der ersten Stufe die Wärmezufuhr über beheizte Flächen und in der zweiten Stufe durch Zufuhr von Kalzinat erfolgt.

Der Vorzug der zuletzt genannten Ausführungsform besteht insbesondere darin, daß ein wesentlicher Anteil der Spalt- und Verdampfungssnergie mittels flüssiger zur Beheizung der heißen Flächen dienender Wärmeträger eingebracht wird und die rezirkulierte Kalzinitatmenge geringer gehalten werden kann. Gegenüber der alleinigen Verwendung von heißen Flächen zur Zufuhr der erforderlichen Wärme besteht der Vorzug der zweistufigen Arbeitsweise insbesondere darin, daß höhere Temperaturen in der Spaltstufe möglich sind als/bei Verwendung heißer Flächen üblicherweise möglich ist.

Die für den Spaltprozeß erforderliche Kalzinitatmenge ergibt sich einerseits aus der mit der Masseneinheit zur Verfügung gestellten Wärmeenergie und andererseits aus dem Energiebedarf, der sich aus Spalt- und Verdampfungsenergie sowie Erhöhung der fühlbaren Wärme zusammensetzt und in einfacher Weise errechenbar ist. In Ausgestaltung der Erfindung mit zweistufiger Spaltung wird selbstverständlich die über die Heizflächen eingebrachte Wärmeenergie in Abzug gebracht.

In beiden Ausführungsformen, also bei ein- oder zweistufiger Spaltung, kann der Wirbelzustand, bei dem Chlorwasserstoff abgespalten wird, dem einer klassischen Wirbelschicht, vorzugsweise mit einer mittleren Suspensionsdichte von 300 bis  $600 \text{ kg/m}^3$  und einer Wirbelgasgeschwindigkeit von kleiner 0,8 m/sec, oder aber einer expandierten Wirbelschicht mit Feststoffrückführung (zirkulierende Wirbelschicht), vorzugsweise mit einer mittleren Suspensionsdichte von 40 bis  $250 \text{ kg/m}^3$  und einer Wirbelgasgeschwindigkeit von 1,5 bis 5 m/sec, entsprechen.

Im Hinblick auf die zweistufige Spaltung mit Wärmezufuhr über Heizflächen liegt ein Vorzug der Verwendung einer klassischen Wirbelschicht in den hohen Wärmeübergangszahlen, be-

dingt durch die hohe Suspensionsdichte. Ein Nachteil ist, daß infolge der geringen Wirblintensität Verbackungsscheinungen auftreten können, die zur lokalen Defluidisierung führen. Bei Verwendung einer expandierten Wirbelschicht mit Feststoffzirkulation werden Verbackungsscheinungen mit Sicherheit vermieden. Außerdem wird der Nachteil der kleinen Wärmeübergangszahlen durch die Möglichkeit einer hohen Zirkulationsrate weitgehend ausgeglichen.

Die vorgenannte Wirbelgasgeschwindigkeit bezieht sich auf die effektive Geschwindigkeit des Gases, das bei der indirekten Spaltung anfällt. Es besteht im wesentlichen aus einer Mischung des verwendeten Fluidisierungsgases, das in bevorzugter Ausgestaltung aus Wasserdampf besteht, des aus eingebrachter Feuchtigkeit und Kristallwasser gebildeten Dampfes und des Chlorwasserstoffs, der durch chemische Reaktion des Aluminiumchlorids sowie Verdampfen von physikalisch anhaftendem Chlorwasserstoff entsteht. Die Gasgeschwindigkeit gilt für den wirbelgutfreien Spaltreaktor.

Zum Betrieb des oder der Wirbelbettes(n) können gegebenenfalls vorgeheizte Fremdgase in geringen Mengen, vorzugsweise Wasserdampf, verwendet werden.

Sofern eine zweistufige Spaltung vorgesehen ist, geschieht die indirekte Beheizung in der ersten Spaltstufe zweckmäßigerverweise durch in den Reaktor eingehängte Heizflächen, die mit flüssigen Wärmeträgern, wie Salzschnellen oder Ölen, beaufschlagt werden. Die Aufheizung der Wärmeträger kann mit herkömmlichen Brennern erfolgen. Zur Aufheizung der Wärmeträger kann aber auch der Wärmeinhalt des erzeugten Kalzinats ausgenutzt werden. Für die Wärmeübertragung sind Rohrbündel besonders vorteilhaft. Bei Verwendung einer klassischen Wirbelschicht empfiehlt sich ein Einbau der Rohrbündel derart, daß ein horizontaler Verlauf der Rohre, bei Verwendung einer zirkulierenden Wirbelschicht aus Gründen einer reduzierten Erosion ein vertikaler Verlauf der

Rohre resultiert. Zufuhr von Wärmeträger, Fluidisierungsgas sowie Aluminiumchloridhydrat sind dabei derart abzustimmen, daß - gemäß bevorzugter Ausgestaltung der Erfindung - die Temperatur des Wirbelgutbettes in der ersten Stufe zwischen 150 und 300 °C liegt.

In der zweiten mit Kalzinateintrag arbeitenden Spaltstufe sollten höhere Spalttemperaturen, etwa bis 600 °C, eingestellt werden, damit die mit dem Feststoff in die Kalzinierstufe eingebrachte Chlorwasserstoffmenge möglichst gering ist.

Bei Anwendung einer einstufigen Spaltung, die lediglich mit Kalzinateintrag arbeitet, sollten Temperaturen im Bereich von 200 bis 450 °C eingestellt werden.

Unabhängig von der gewählten Ausführung in der Spaltstufe werden Verweilzeit und Temperatur des Wirbelgutes zweckmäßigerverweise derart gewählt, daß ein Spaltgrad von mindestens 20 % erreicht wird.

Aus der Spaltzone wird kontinuierlich ein Strom Wirbelgut abgezogen und in die Kalzinierzone eingetragen. Hier werden die Teilchen, die etwa im Korngrößenbereich von 20 bis 300 µm (bezogen auf die mittlere Korngröße dp 50) liegen, infolge der im Wirbelschichtreaktor (Wirbelzone) herrschenden hohen Temperaturen sehr rasch aufgeheizt und spalten aufgrund ihrer hohen spezifischen Oberfläche sehr schnell das restliche Chlorid unter Abgabe von Chlorwasserstoff ab. Dies ist im wesentlichen bereits nach dem ersten Verlassen der Wirbelzone und vor dem Eintrag in die Verweilzone geschehen. Die schnelle Aufheizung ist die Folge einer durch den in der Wirbelzone herrschenden Wirbelzustand gegebenen intensiven Wärmezufuhr, wobei in Anbetracht der weichen, weil zweistufigen, insgesamt nahstöchiometrischen Verbrennung gleichzeitig das Produkt geschont wird. Die bei der Kalzination des

Aluminiumoxids auftretenden Phasenumwandlungen, die vergleichsweise wenig Energie, jedoch hohe Verweilzeiten erfordern, erfolgen dann wirtschaftlich sowie produkt- und apparateschonend in der Verweilzone. Die Verweilzone kann mit Wasserdampf und/oder Luft fluidisiert werden.

Von der Verweilzone wird gerade so viel Feststoff zurückgeführt als zur Einstellung der Suspensionsdichte in der Wirbelzone und als gegebenenfalls zur Vermeidung nennenswerter Temperaturunterschiede im Gesamtsystem Wirbelzone/Verweilzone notwendig sind.

Vorzugsweise werden die Betriebsbedingungen in der Wirbelzone und die Rückführung von Feststoff aus der Verweilzone unter Berücksichtigung des neu zugeführten Materials derart gewählt, daß in der Zone zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung eine mittlere Suspensionsdichte von 20 bis 300 kg/m<sup>3</sup> und in der Zone oberhalb der Sekundärgasleitung eine solche von 1 bis 20 kg/m<sup>3</sup> resultiert.

Bei den vorgenannten Bedingungen herrscht in der Wirbelzone ein Druckverlust von etwa 250 bis 900 mm WS.

Bei Definition dieser Betriebsbedingungen für die Wirbelzone über die Kennzahlen von Froude und Archimedes ergeben sich die Bereiche:

$$0,1 < 3/4 \cdot Fr^2 \cdot \frac{\varrho_g}{\varrho_k - \varrho_g} < 10$$

bzw.  $0,1 < Ar < 100$

wobei

$$Ar = \frac{d_k^3 \cdot g (\varrho_k - \varrho_g)}{\varrho_g \cdot V^2} \text{ ist.}$$

Es bedeuten:

- 10 - 45

28

Fr	die Froudezahl
Ar	die Archimedeszahl
$\rho_g$	die Dichte des Gases in $\text{kg/m}^3$
$g$	die Gravitationskonstante in $\text{m/sec}^2$
$\rho_k$	die Dichte des Feststoffteilchens in $\text{kg/m}^3$
$d_k$	den Durchmesser des kugelförmigen Teilchens in m
$\gamma$	die kinematische Zähigkeit in $\text{m}^2/\text{sec.}$

Die Suspensionsdichte in der Verweilzone ist demgegenüber aufgrund der geringen Fluidisierungsgasgeschwindigkeit, die im wesentlichen lediglich eine Durchmischung des Feststoffes bewirken soll, erheblich höher. Um den vollen Nutzen des Verweilzeitreaktors auszuschöpfen, sollte die Suspensionsdichte größer als  $500 \text{ kg/m}^3$  sein.

In der Definition bezüglich Froude und Archimedes ergeben sich

der gleiche Archimedeszahlbereich wie in der Wirbelzone

und

eine Froudezahl entsprechend

$$\frac{3}{4} \cdot \text{Fr}^2 \cdot \frac{\rho_g}{\rho_k - \rho_g} < 5 \cdot 10^{-3}$$

Die Abmessung von Wirbelzone und Verweilzone relativ zueinander werden im wesentlichen von der zur Erzeugung einer bestimmten Produktqualität erforderlichen mittleren Gesamtverweilzeit bestimmt. Im allgemeinen ist es vorteilhaft, die mittlere Verweilzeit der Feststoffe in der Wirbelzone auf 10 bis 30 Minuten und in der Verweilzone auf das Zwei- bis Zwanzigfache einzustellen.

Bei der Definition der mittleren Verweilzeit in der Wirbelzone geht die aus der Verweilzone rückgeführte Feststoffmenge mit ein und ist errechenbar aus der Summe der mittleren Suspensionsdichten in beiden Zonen, bezogen auf die stündliche Produktmenge. Die Wahl der Fluidisierungs- und Sekundärgasmengen, insbesondere aber die Aufteilung beider Gasströme und die Höhe der Sekundärgaszuführung, geben zusätzliche Regelungsmöglichkeiten an die Hand.

In einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung wird das Sekundärgas in einer Höhe zugeführt, die bei 10 bis 30 % der Gesamthöhe der Wirbelzone liegt. Das Mengenverhältnis von der Wirbelzone zugeführtem Sekundärgas zu Fluidisierungsgas wird zweckmäßigerweise auf 10 : 1 bis 1 : 2 eingestellt.

Sofern zur Einstellung der erforderlichen Suspensionsdichte in der Wirbelzone eine nur geringe Rückführung von Feststoff aus der Verweilzone notwendig, jedoch eine vergleichsweise lange Gesamtverweilzeit erwünscht ist, ist es zweckmäßig, in der Verweilzone durch direkte Brennstoffzugabe zuzuheizen. Im Hinblick auf die Temperatur im System dient dann die Zirkulation nicht der vollständigen Deckung, z.B. der Abstrahlungsverluste der Verweilzone, sondern lediglich der Feinregulierung.

Nach hinreichend langer Verweilzeit wird ein Feststoffteilstrom einer Wirbelkühlung, die zweckmäßigerweise in mehreren nacheinander durchfließbaren Kühlkammern durchgeführt wird, zugeleitet. Die zur Aufrechterhaltung des Betriebszustandes verwendeten sauerstoffhaltigen Fluidisierungsgase werden mindestens teilweise der Wirbelzone als Sekundärgas zugeleitet. Der Wirbelkühler kann zusätzlich mit in die Kammern eintaugenden Kühlregistern ausgestattet sein, in denen beispielsweise Fluidisierungsgas für die Wirbelzone und gegebenenfalls für die Verweilzone aufgeheizt wird.

Die den Zonen zugeführten Gasmengen werden zweckmäßigerverweise derart gewählt, daß in der Kalzinierzone eine Wirbelgasgeschwindigkeit von 3 bis 15 m/sec, vorzugsweise 4 bis 10 m/sec, und in der Verweilzone eine Wirbelgasgeschwindigkeit von 0,1 bis 0,3 m/sec, jeweils auf den leeren Reaktor bezogen, herrscht.

Die Arbeitstemperaturen in der Wirbelzone und in der Verweilzone sind in weiten Grenzen beliebig und richten sich im wesentlichen nach der angestrebten Produktqualität. Sie können in einem Bereich von etwa 650 bis 1050 °C liegen.

Als Fluidisierungs- und Sekundärgas, das in jedem Fall Sauerstoff enthält, kann Luft eingesetzt werden. Im Hinblick auf geringe Abgasmengen kann es vorteilhaft sein, als Fluidisierungsgas und/oder als Sekundärgas sauerstoffreiche Gase, gegebenenfalls mit Sauerstoffgehalten bis 70 Vol.-%, einzusetzen.

Die Erfindung wird anhand der Figuren und der Ausführungsbeispiele beispielsweise und näher erläutert.

Im Verfahren gemäß Figur 1 erfolgt die Spaltung des Aluminiumchloridhydrats\* über die Aufgabevorrichtung 1 und die Dosierbandwaage 2 dem Wirbelschichtreaktor 3 aufgegeben. Der Wirbelschichtreaktor 3 ist als zirkulierende Wirbelschicht mit Abscheider 4 und Rückführleitung 5 konzipiert. Seine Beheizung erfolgt über Heizflächen 6, die über einen geschlossenen Wärmeträgerkreislauf 7 mit der Aufheizvorrichtung 8 verbunden sind. Als Fluidisierungsgas dient über Leitung 9 zugeührter Dampf. Das Abgas des Wirbelschichtreaktors 3 gelangt über Leitung 10 in ein Elektrofilter 11 und schließlich in die Abgasleitung 12, die in die Anlage zur Absorption des Chlorwasserstoffs (nicht dargestellt) führt. Im Elektrofilter 11 abgeschiedener Staub wird über Leitung 13 in den Wirbelschichtreaktor 3 zurückgeführt. Aus der zirkulierenden

\* in zwei Stufen. Hierzu wird Aluminiumchloridhydrat

Wirbelschicht 3 wird ein Teilstrom teilweise gespaltenen Aluminiumchlorids über Leitung 14 dem zweiten Spaltreaktor 15, der als klassische Wirbelschicht betrieben wird, zugeleitet. Er wird mit über Leitung 16 zugeführtem Dampf und über Leitung 17 zugeführtem Kalzinat gespeist. Das Abgas gelangt über Leitung 18 in das Elektrofilter 11.

Der Austrag des Produktes aus dem zweiten Spaltreaktor 15 geschieht über Leitung 19 in eine pneumatische Fördereinrichtung 20, die es in einen Abscheider 36 einträgt. Der pneumatisch geförderte Feststoff wird dann dem Venturiwirbler 21 zugeleitet, der Gasstrom über Leitung 37 abgeführt. Im Venturiwirbler 21 wird das mindestens teilweise gespaltene Aluminium-chlorid vom aus der Wirbel-/Verweilzone stammenden Gasstrom erfaßt, im Abscheider 22 vom Gas getrennt und der Wirbelzone 23 zugeleitet. Der Betrieb der Wirbelzone 23 erfolgt mit über Leitung 24 herangeführtem Fluidisierungsgas und mit über Leitung 25 zugeführtem Sekundärgas. Brennstoff, der insbesondere aus Heizöl oder Heizgas besteht, wird über Lanzent 26 aufgegeben.

Der durch die herrschenden Betriebsbedingungen aus der Wirbelzone 23 ausgetragene Feststoff wird im oberen Bereich der Verweilzone 27 vom Gas getrennt und gelangt in den unteren, durch die Zuführung von Gas über Leitung 28 schwach fluidisierten Bereich. Die kontrollierte Rückführung von Feststoff in die Wirbelzone 23 geschieht über Leitung 29, die Rückführung von Kalzinat in den zweiten Spaltreaktor 15 über Leitung 17 und die Entnahme von fertigkalziniertem Aluminiumoxid über Austragsleitung 30. Dieser Teilstrom wird dem Wirbelschichtkühler 31 aufgegeben, der mit über Leitung 32 zugeführtem sauerstoffhaltigem Gas fluidisiert wird. Das den Wirbelschichtkühler 31 über Leitung 25 verlassende Gas wird als Sekundärgas in die Wirbelzone 23 eingeleitet. Gekühltes Aluminiumoxid wird schließlich über Leitung 33 ausgetragen.

Das Abgas des Abscheiders 22 durchläuft einen Wärmeaustauscher 38, in dessen erster Stufe über Leitung 39 herangeführte Luft für die pneumatische Förderung und in dessen zweiter Stufe Verbrennungsluft für die Brenner der Aufheizvorrichtung 8 aufgeheizt wird. Nach Durchgang durch den Wärmeaustauscher 38 wird das Gas im Elektrofilter 34 von Staub befreit. Der im Elektrofilter 34 anfallende Staub gelangt über Leitung 35 in die Verweilzone 27 zurück.

Die der Wirbel-/Verweilzone 23 bzw. 27 über Leitungen 25 bzw. 28 zugeführten Gasströme werden zuvor im Wirbelschichtkühler 31 unter Abkühlung von heißem Kalzinat aufgeheizt. Leitung 25 nimmt zudem noch das aus dem Abscheider 36 stammende und über Leitung 37 abgeführte Gas auf.

Der Aufheizvorrichtung 8 ist schließlich gasseitig ein weiterer Wärmeaustauscher 40 nachgeschaltet, in den Abgaswärme an frisch zugeführte, für die Brenner der Aufheizvorrichtung 8 bestimmte Luft übertragen wird.

In der Ausgestaltung der Erfindung gemäß Figur 2 erfolgt die Spaltung des Aluminiumchloridhydrats in einer Spaltstufe, die als zirkulierende Wirbelschicht mit Wirbelschichtreaktor 3, Abscheider 4, gasseitig nachgeschaltetem Venturiwirbler 41 und Abscheider 42 betrieben wird. Das Aluminiumchloridhydrat wird über Aufgabevorrichtungen 1 und Dosierbandwaagen 2 zum Teil dem Wirbelschichtreaktor 3, zum Teil - zwecks Abgasdilution - dem Venturiwirbler 41 aufgegeben. Über den Abscheider 42 und Leitungen 13 und 5 gelangt dann auch dieser Teilstrom in den Wirbelschichtreaktor 3. Die Wärmezufuhr erfolgt durch über Leitung 17 rückgeföhrtes heißes Kalzinat. Als Fluidisierungsgas dient dem Wirbelschichtreaktor 3 über Leitung 9 zugeführter Dampf. Sein Abgas wird über Leitung 10, Venturiwirbler 41 und Abscheider 42 in ein Elektrofilter 11 geführt, dort von Staub, der

über Leitung 13 in den Wirbelschichtreaktor 3 zurückgeführt wird, befreit und der Absorptionsanlage für Chlorwasserstoff (nicht dargestellt) zugeleitet.

Aus der zirkulierenden Wirbelschicht 3 wird das teilweise gespaltene Aluminiumchlorid über Leitung 19 in eine pneumatische Fördereinrichtung 20 geführt, die es in einen Abscheider 36 einträgt.

Der Eintrag in die Wirbelzone 23 und die Betriebsbedingungen hinsichtlich Wirbelzone 23, Verweilzone 27 und Kühler 31 entsprechen denen gemäß Figur 1.

Da das Verfahren in der Ausgestaltung gemäß Figur 2 die Spaltung lediglich mit rückgeführtem Kalzinat vorsieht, sind Heizflächen, Aufheizvorrichtung 8 etc. entbehrlich. Statt dessen wird ein zusätzlicher Frischluftstrom, der über Leitung 43 zugeführt wird und der Wirbelzone 23 als zusätzliche Sekundärluft dient, im Wärmeaustauscher 38 aufgeheizt.

#### Beispiel 1 (mit Bezug auf Figur 1)

Über Aufgabevorrichtung 1 und Dosierbandwaage 2 wurden stündlich 54 t  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  mit einer Oberflächenfeuchte von ca. 15 % und einem mittleren Korndurchmesser  $d_{50}$  von 150  $\mu\text{m}$  in den Wirbelschichtreaktor 3 eingetragen. Sein Innendurchmesser war 3,0 m, seine Höhe 18 m.

Der Wirbelschichtreaktor 3 wurde mit 3000  $\text{Nm}^3/\text{h}$  Dampf von 180 °C, der über Leitung 9 herangeführt wurde, betrieben. Die Heizung des Wirbelschichtreaktors 3 erfolgte mit einer Schmelze eines Alkalichloridgemisches, die über den Kreislauf 7 mit 460 °C ein- und mit 420 °C ausgetragen wurde.

Die Wiederaufheizung der Schmelze geschah in der Aufheizvorrichtung 8 durch Verbrennung von 2850 kg/h schwerem Heizöl mit einem Heizwert von  $H_u = 39\ 800 \text{ kJ/kg}$ .

Im Wirbelschichtreaktor 3 stellte sich eine Temperatur von 200 °C ein. Die Wirbelgasgeschwindigkeit betrug 2,0 m/sec. Infolge der großen Gasgeschwindigkeit wurde ein hoher Anteil der Feststoffe mit dem Gas zusammen am oberen Teil des Wirbelschichtreaktors 3 ausgetragen. Nach Abscheidung im nachgeschalteten Abscheider 4 gelangte der Feststoff über Leitung 5 in den Wirbelschichtreaktor 3 zurück. Infolge der Feststoffrückführung in den Wirbelschichtreaktor 3 und der dort gewählten Betriebsbedingungen stellte sich im Wirbelschichtreaktor 3 eine mittlere Suspensionsdichte von etwa 150 kg/m<sup>3</sup> und ein Druckverlust von 2700 mm Wassersäule ein. Die mittlere Verweilzeit lag bei 1,7 Stunden. Aufgrund der vorgenannten Bedingungen wurden etwa 80 % des Aluminiumchlorids gespalten.

Über Leitung 14 wurden 22,4 t/h Feststoff in den Spaltreaktor 15 überführt. Er besaß einen inneren Durchmesser von 4,6 m. Die Höhe der Wirbelschicht betrug 5,0 m. Vermittels Leitung 16 wurden 1000 Nm<sup>3</sup>/h Dampf von 180 °C eingebracht. Infolge Rückführung von Kalzinat über Leitung 17 in einer Menge von 46 t/h mit einer Temperatur von 950 °C stellte sich im Spaltreaktor 15 eine Temperatur von 500 °C ein. Die Wirbelgasgeschwindigkeit betrug 0,5 m/sec. Die mittlere Suspensionsdichte betrug 400 kg/m<sup>3</sup>, die mittlere Verweilzeit 35 min. 12 050 Nm<sup>3</sup>/h Abgas mit 500 °C wurden über Leitung 18 abgeführt und mit dem über Leitung 10 ausgetragenen 200 °C heißen Abgas von 30 000 Nm<sup>3</sup>/h vereinigt dem Elektrofilter 11 zur Entstaubung zugeführt. Die Chlorwasserstoffkonzentration betrug 34,6 %, die Gastemperatur 290 °C.

Aus dem Spaltreaktor 15 wurden 58 t/h Feststoff entnommen. Bezogen auf das frisch aufgegebene Aluminiumchloridhydrat, betrug der erzielte Spaltgrad 99,6 %. Der Feststoff wurde unter Verwendung von 2900 Nm<sup>3</sup>/h im Wärmeaustauscher 38 auf 500 °C vorgewärmte Luft mittels Vorrichtung 20 pneumatisch in den Abscheider 36 eingetragen. Der Feststoff gelangte in den Venturiwirbler 21, wurde vom Abgas der Wirbel-/Verweilzone 23 und 27, das in Mengen von 17 023 Nm<sup>3</sup>/h anfiel, erfaßt und in den Abscheider 22 eingetragen. Das Abgas, das vor dem Austritt aus Wirbel-/Verweilzone 23 und 27 eine Temperatur von 950 °C besaß, wurde insbesondere durch Kontakt mit den Feststoffen auf 700 °C abgekühlt und dem Wärmeaustauscher 38 zugeleitet.

In der Wirbelzone 23 und der Verweilzone 27 erfolgte die restliche Spaltung des Aluminiumchlorids mit Kalzination zu Aluminiumoxid. Es betrugen in der Wirbelzone 23 die lichte Höhe des Reaktors 14 m und der Innendurchmesser 2,2 m, in der Verweilzone 27 im zylindrischen unteren Teil der Innen-durchmesser 3,5 m und die Höhe 3,4 m (bezogen auf das Wirbelbett).

Zur Fluidisierung der Wirbelzone 23 diente über Leitung 24 und den Gasverteiler herangeführte Luft in Mengen von 4225 Nm<sup>3</sup>/h, die im Wirbelschichtkühler 31 durch indirekten Wärme-austausch auf 550 °C vorgewärmt worden war. 8 500 Nm<sup>3</sup>/h Luft, hiervon 2900 Nm<sup>3</sup> mit 500 °C über Leitung 37 und 5600 Nm<sup>3</sup> mit 600 °C aus dem Wirbelschichtkühler 31 herangeführt, wurden der Wirbelzone 23 über Leitung 25 zugeführt und 2,5 m über dem Gasverteiler als Sekundärgas eingetragen. Das Verhältnis von Fluidisierungsgas zu Sekundärgas betrug mithin 1 : 2,0. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärluftleitung 25 wurden 1160 kg schweres Heizöl ( $H_u = 39\ 800 \text{ kJ/kg}$ ) mit Lanzen 26 eingespritzt. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 25 war die Verbrennung unvollständig.

Vollständiger Ausbrand erfolgte oberhalb der Zugabe des Sekundärgases mit Leitung 25.

Die aus der Wirbelzone 23 ausgetragenen Feststoffe wurden im oberen Teil der Verweilzone 27 vom Gas getrennt, gelangten in dessen unteren Teil und bildeten dort ein dichtes Wirbelbett.

Die Verweilzone 27 wurde mit  $1100 \text{ Nm}^3/\text{h}$  Luft, die im Wirbelschichtkühler 31 auf  $500^\circ\text{C}$  vorgeheizt worden war, fluidisiert.

Durch Feststoffzirkulation in der Wirbelzone sowie durch Feststoffrückführung aus der Verweilzone 27 über Leitung 29 stellte sich im gesamten Zirkulationssystem eine einheitliche Temperatur von  $950^\circ\text{C}$  ein.

Die Aufteilung der Gesamtverweilzeit des Aluminiumoxids von ca. 1,96 h auf Wirbelzone 23 und Verweilzone 27 lag etwa bei 1 : 11 (10 min Wirbelzone 23, 1,8 Std. Verweilzone 27). Der Druckverlust in der Wirbelzone 23 wurde auf etwa 430 mm Wassersäule eingestellt. Die mittlere Suspensionsdichte im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 25 lag bei  $150 \text{ kg/m}^3$  und die mittlere Suspensionsdichte oberhalb der Sekundärgasleitung 25 bei  $5 \text{ kg/m}^3$ . In der Verweilzone 27 herrschte in dem von Feststoff erfüllten Bereich eine Suspensionsdichte von ca.  $550 \text{ kg/m}^3$ .

Die Produktion in Höhe von 10 t/h Aluminiumoxid wurde aus der Verweilzone 27 über Leitung 30 in den Wirbelschichtkühler 31 eingetragen. Im Wirbelschichtkühler, der mit  $5600 \text{ Nm}^3/\text{h}$  Luft fluidisiert und in Kühlregistern mit  $4225 \text{ Nm}^3/\text{h}$  bzw. mit  $1100 \text{ Nm}^3/\text{h}$  beaufschlagt worden war, erfolgte unter Zuhilfenahme einer zusätzlichen Wasserkühlung eine Abkühlung des Aluminiumoxids auf eine Temperatur von  $100^\circ\text{C}$ .

- 19 -  
22

2805906

Die durch indirekte Erhitzung auf 550 bzw. 500 °C vorgewärmten Luftströme wurden dem vorher geschilderten Verwendungszweck zugeführt.

Das aus dem Elektrofilter 34 austretende Abgas von 17 023 Nm<sup>3</sup>/h besaß eine Temperatur von 300 °C und einen HCl-Gehalt von 0,25 Vol.-%.

Die zum Betrieb der Aufheizvorrichtung 8 erforderliche Verbrennungsluft in Mengen von 34 400 Nm<sup>3</sup>/h wurde im Wärmeaustauscher 40 auf 250 °C und im Wärmeaustauscher 38 auf 500 °C aufgeheizt.

#### Beispiel 2 (mit Bezug auf Figur 2)

Über Aufgabevorrichtung 1 und Dosierbandwaage 2 wurden stündlich 54 t AlCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O mit einer Oberflächenfeuchte von ca. 15 % und einem mittleren Korndurchmesser d<sub>p50</sub> von 150 µm in den Wirbelschichtreaktor 3 aufgegeben und im Verhältnis 40 : 1 dem Wirbelschichtreaktor 3 und dem Venturiwirbler 41 zugeführt. Der Innendurchmesser des Wirbelschichtreaktors 3 betrug 5,5 m, seine Höhe 18 m.

Der Wirbelschichtreaktor 3 wurde mit 3000 Nm<sup>3</sup>/h Dampf von 180 °C, der über Leitung 9 herangeführt wurde, betrieben. Die Beheizung des Wirbelschichtreaktors 3 erfolgte durch Eintrag von 180 t/h Kalzinat von 950 °C, das über Leitung 17 herangeführt wurde.

Im Wirbelschichtreaktor 3 stellte sich eine Temperatur von 400 °C ein. Die Wirbelgasgeschwindigkeit betrug 4,6 m/sec. Infolge der großen Gasgeschwindigkeit wurde ein hoher Anteil der Feststoffe mit dem Gas zusammen am oberen Teil des Wirbelschichtreaktors 3 ausgetragen. Nach Abscheidung

im nachgeschalteten Abscheider 4 gelangte der Feststoff über Leitung 5 in den Wirbelschichtreaktor 3 zurück. Infolge der Feststoffrückführung in den Wirbelschichtreaktor 3 und der dort gewählten Betriebsbedingungen stellte sich im Wirbelschichtreaktor 3 eine mittlere Suspensionsdichte von etwa 100 kg/m<sup>3</sup> und ein Druckverlust von 1800 mm Wassersäule ein. Die mittlere Verweilzeit lag bei 0,5 Stunden. Aufgrund der vorgenannten Bedingungen wurden etwa 98 % des Aluminiumchlorids gespalten.

38 400 Nm<sup>3</sup>/h aus dem Abscheider 42 austretendes Abgas wurden dem Elektrofilter 11 zur Entstaubung zugeführt. Die Chlorwasserstoffkonzentration betrug 37 %, die Gastemperatur 250 °C.

Aus dem Spaltreaktor 3 wurden 194 t/h Feststoff entnommen und unter Verwendung von 9700 Nm<sup>3</sup>/h im Wärmeaustauscher 38 auf 400 °C vorgewärmte Luft mittels Vorrichtung 20 pneumatisch in den Abscheider 36 eingetragen. Der Feststoff gelangte in den Venturiwirbler 21, wurde vom Abgas der Wirbel-/Verweilzone 23 und 27, das in Mengen von 45 000 Nm<sup>3</sup>/h anfiel, erfaßt und in den Abscheider 22 eingetragen. Das Abgas, das vor dem Austritt aus Wirbel-/Verweilzone 23 und 27 eine Temperatur von 950 °C besaß, wurde insbesondere durch Kontakt mit den Feststoffen auf 640 °C abgekühlt und dem Wärmeaustauscher 38 zugeleitet.

In der Wirbelzone 23 und der Verweilzone 27 erfolgte die restliche Spaltung des Aluminiumchlorids mit Kalzination zu Aluminiumoxid. Es betrugen in der Wirbelzone 23 die lichte Höhe des Reaktors 16 m und der Innendurchmesser 3,5 m, in der Verweilzone 27 im zylindrischen unteren Teil der Innendurchmesser 3,5 m und die Höhe 3,4 m (bezogen auf das Wirbelbett).

- A1 -

24

2805906

Zur Fluidisierung der Wirbelzone 23 diente über Leitung 24 und den Gasverteiler herangeführte Luft in Mengen von 5000 Nm<sup>3</sup>/h, die im Wirbelschichtkühler 31 durch indirekten Wärmeaustausch auf 550 °C vorgewärmt worden war. 36 230 Nm<sup>3</sup>/h Luft, hiervon 9700 Nm<sup>3</sup>/h mit 400 °C über Leitung 37 und 5600 Nm<sup>3</sup>/h mit 600 °C aus dem Wirbelschichtkühler 31 und 20 930 Nm<sup>3</sup>/h mit 500 °C über Leitung 43 und Wärmeaustauscher 38 herangeführt, wurden der Wirbelzone 23 über Leitung 25 zugeführt und 4,0 m über dem Gasverteiler als Sekundärgas eingetragen. Das Verhältnis von Fluidisierungs-gas zu Sekundärgas betrug mithin 1 : 7,2. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärluftleitung 25 wurden 3570 kg schweres Heizöl ( $H_u = 39\ 800 \text{ kJ/kg}$ ) mit Lanzen 26 eingespritzt. Im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgas-leitung 25 war die Verbrennung unvollständig. Vollständiger Ausbrand erfolgte oberhalb der Zugabe des Sekundärgases mit Leitung 25.

Die aus der Wirbelzone 23 ausgetragenen Feststoffe wurden im oberen Teil der Verweilzone 27 vom Gas getrennt, gelan-ten in dessen unteren Teil und bildeten dort ein dichtes Wirbelbett.

Die Verweilzone 27 wurde mit 1100 Nm<sup>3</sup>/h Luft, die im Wirbel-schichtkühler 31 auf 400 °C vorgeheizt worden war, fluidi-siert.

Durch Feststoffzirkulation in der Wirbelzone 23 sowie durch Feststoffrückführung aus der Verweilzone 27 über Leitung 29 stellte sich im gesamten Zirkulationssystem eine einheit-liche Temperatur von 950 °C ein.

Die Aufteilung der Gesamtverweilzeit des Aluminiumoxids von ca. 2,26 Stunden auf Wirbelzone 23 und Verweilzone 27 lag

909834/0062

etwa bei 1 : 3,8 (38 Min. Wirbelzone 23, 1,8 Stunden Verweilzone 27). Der Druckverlust in der Wirbelzone 23 wurde auf etwa 660 mm Wassersäule eingestellt. Die mittlere Suspensionsdichte im Bereich zwischen Gasverteiler und Sekundärgasleitung 25 lag bei  $150 \text{ kg/m}^3$  und die mittlere Suspensionsdichte oberhalb der Sekundärgasleitung 25 bei  $5 \text{ kg/m}^3$ . In der Verweilzone 27 herrschte in dem von Feststoff erfüllten Bereich eine Suspensionsdichte von ca.  $550 \text{ kg/m}^3$ .

Die Produktion in Höhe von 10 t/h Aluminiumoxid wurde aus der Verweilzone 27 über Leitung 30 in den Wirbelschichtkühler 31 eingetragen. Im Wirbelschichtkühler, der mit  $5600 \text{ Nm}^3/\text{h}$  Luft fluidisiert und in Kühlregistern mit  $5000 \text{ Nm}^3/\text{h}$  bzw. mit  $1100 \text{ Nm}^3/\text{h}$  beaufschlagt worden war, erfolgte unter Zuhilfenahme einer zusätzlichen Wasserkühlung eine Abkühlung des Aluminiumoxids auf eine Temperatur von  $100^\circ\text{C}$ . Die durch indirekte Erhitzung auf  $550$  bzw.  $400^\circ\text{C}$  vorgewärmten Luftströme wurden dem vorher geschilderten Verwendungszweck zugeführt.

Das aus dem Elektrofilter 34 austretende Abgas von  $45\ 000 \text{ Nm}^3/\text{h}$  besaß eine Temperatur von  $350^\circ\text{C}$  und einen HCl-Gehalt von 0,5 Vol.-%.

-27-

2805906

Nummer:

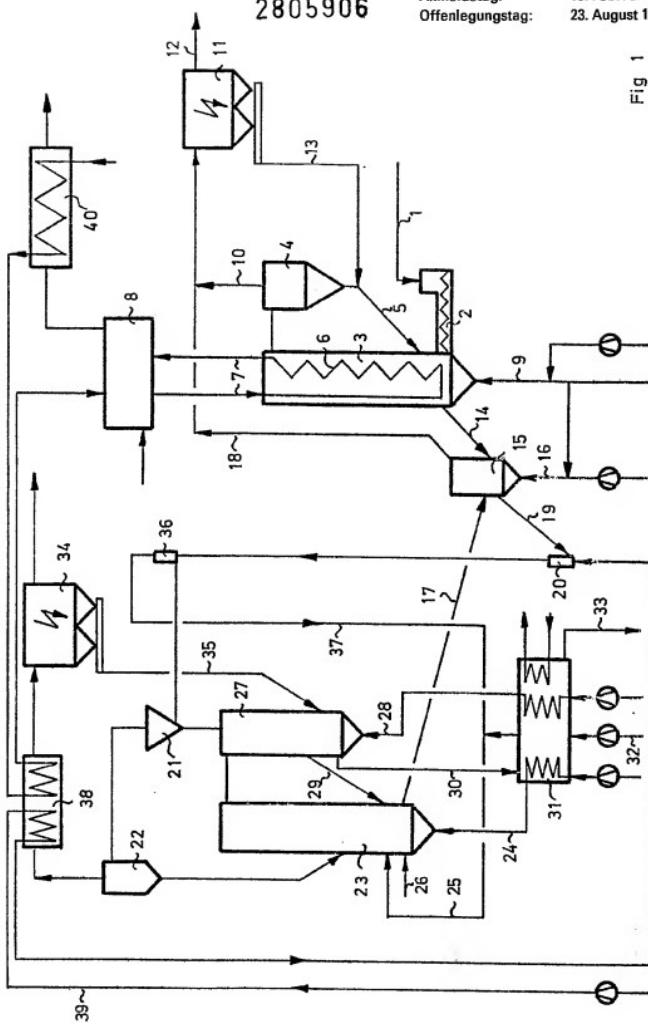
Int. Cl. 2:

Anmeldetag:

Offenlegungstag:

28 05 906  
C 01 F 7/30  
13. Februar 1978  
23. August 1979

Fig 1



909834/0062

Fig 2

